

Search statement 2

? jp9055186/pn

** SS 3 : Results 3

Search statement 4

? ..li max 1-3

1/3 (1/1 PAJ) - (C) PAJ / JPO

PN - ---JP9055186--- A 19970225

AP - JP19950207060 19950814

PA - NIKKISO CO LTD

IN - TAKAKUWA YASUSHI; YAMAZAKI HIROMI; AOKI YOSHIAKI

I - H01J49/38 ; H01J49/04

SI - G01N27/62

TI - FOURIER TRANSFORMATION MASS SPECTROGRAPH

AB - PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a Fourier transformation mass spectrograph arranged with an analyzer cell in vacuum and having high measurement accuracy by providing a heating means heating the analyzer cell.

- SOLUTION: A vacuum chamber 11 is exhausted by a vacuum exhaust pump 32. When the vacuum chamber 11 is heated by the second heating means, the adsorbed moisture and adsorbed gas can be quickly discharged from the vacuum chamber 11. A sample gas is guided into an analyzer cell 2 in the vacuum chamber 11 from a feed pipe 44 via a sample gas guide port. The sample gas is ionized by a filament 2b and the electron beam emitted toward a collector Q. When a voltage is applied to a trap electrode, the sample gas is trapped and applied with rotating motion by the action of the electric charges of the gas and the static magnetic field. An output signal is sent from a receiving electrode R in the analyzer cell 2 to a resonance signal detecting means outside the vacuum chamber 11 by cyclotron resonance, and the sample gas is analyzed. The analyzer cell 2 is heated by a heating means 36.

ABV - 199706

ABD - 19970630

Continue on database WPI : Y / N ?

? y

2/3 (1/1 WPI) - (C) WPI / DERWENT

AN - 1997-199350 [18]

AP - JP19950207060 19950814

PR - JP19950207060 19950814

TI - Fourier transform mass analysis device - comprising analysis cell in a vacuum chamber with heater and support body.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

IW - FOURIER TRANSFORM MASS ANALYSE DEVICE COMPRISE ANALYSE
CELL VACUUM

CHAMBER HEATER SUPPORT BODY

PA - (NIKK-N) NIKKISO CO LTD

PN - ---JP9055186--- A 19970225 DW199718 H01J49/38 013pp

ORD - 1997-02-25

IC - G01N27/62 ; H01J49/04 ; H01J49/38

FS - CPI;EPI

DC - J04 S03 V05

AB - J09055186 The device comprises an analysis cell in a vacuum chamber,
and a heater capable of heating the analysis cell. The heater has a
support body.

- USE - Device for Fourier transfer mass analysis

- ADVANTAGE - Apparatus provides high measuring precision.

- (Dwg.6/13)

Continue on database EPODOC : Y / N ?

? y

3/3 (1/1 EPODOC) - (C) EPODOC / EPO

PN - ---JP9055186--- A 19970225

PR - JP19950207060 19950814

AP - JP19950207060 19950814

DT - I

FI - G01N27/62&B ; H01J49/04 ; H01J49/38

IC - H01J49/38 ; H01J49/04 ; G01N27/62

FT - 5C038/EE01 ; 5C038/EF26 ; 5C038/EF33 ; 5C038/HH02 ; 5C038/HH15 ;
5C038/HH16

IN - TAKAKUWA YASUSHI; YAMAZAKI HIROMI; AOKI YOSHIAKI

PA - NIKKISO CO LTD

TI - FOURIER TRANSFORMATION MASS SPECTROGRAPH

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-55186

(43)公開日 平成9年(1997)2月25日

(51)Int.Cl.⁶
H 01 J 49/38
49/04
// G 01 N 27/62

識別記号

府内整理番号

F 1
H 01 J 49/38
49/04
G 01 N 27/62

技術表示箇所

B

審査請求 未請求 請求項の数 5 O.L (全 13 頁)

(21)出願番号 特願平7-207060

(22)出願日 平成7年(1995)8月14日

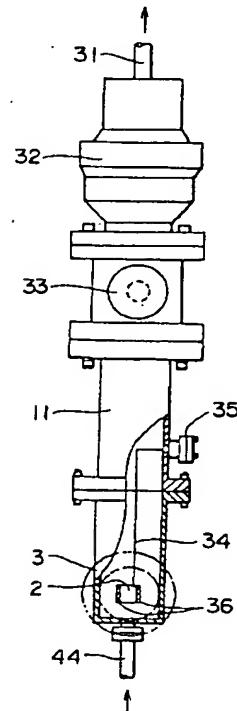
(71)出願人 000226242
日機装株式会社
東京都渋谷区恵比寿3丁目43番2号
(72)発明者 高▲桑▼ 保志
静岡県榛原郡榛原町静谷498-1 日機装
株式会社静岡製作所内
(72)発明者 山崎 博実
静岡県榛原郡榛原町静谷498-1 日機装
株式会社静岡製作所内
(72)発明者 青木 吉昭
静岡県榛原郡榛原町静谷498-1 日機装
株式会社静岡製作所内
(74)代理人 弁理士 福村 直樹

(54)【発明の名称】 フーリエ変換質量分析装置

(57)【要約】

【課題】測定精度の高いフーリエ変換質量分析装置を提供することを目的とする。

【解決手段】分析セルを真空室内に配置してなるフーリエ変換質量分析装置において、分析セルを加熱する加熱手段を有してなることを特徴とするフーリエ変換質量分析装置である。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 分析セルを真空室内に配置してなるフーリエ変換質量分析装置において、分析セルを加熱する加熱手段を有してなることを特徴とするフーリエ変換質量分析装置。

【請求項2】 前記加熱手段は、前記分析セルの外部に設けられた支持体と、この支持体に設けられたヒータとを有してなる前記請求項1に記載のフーリエ変換質量分析装置。

【請求項3】 前記分析セルは電極により形成された六面体であり、前記支持体は、前記分析セルの互いに平行な4辺の少なくともいずれかの辺に沿って設けられた支持棒である前記請求項2に記載のフーリエ変換質量分析装置。

【請求項4】 前記分析セルは電極により形成された六面体であり、前記支持体は、前記分析セルの互いに平行な二面の少なくともいずれかの面に沿って設けられた支持板である前記請求項2に記載のフーリエ変換質量分析装置。

【請求項5】 前記真空室は、真空室内部を加熱する第2加熱手段を備えてなるフーリエ変換質量分析装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は、フーリエ変換質量分析装置に関し、さらに詳しくは、真空度の低下を防止し、しかも測定感度の向上したフーリエ変換質量分析装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 一般に、質量数が広範囲に亘る有機成分の試料、たとえば化学、薬学、医学等の分野における化合物の質量分析あるいは近年におけるプロセス分析、呼気ガス分析および内封気体分析に供される試料の質量分析に使用されるフーリエ変換質量分析装置は以下のような構造を有し、質量分析を行っている。

【0003】 このフーリエ変換質量分析装置は、静磁場内に置かれた真空室と、その真空室内に配置され、かつ三対の電極で六面体に形成された分析セルとを有する。このフーリエ変換質量分析装置は、外部から真空室内に試料気体を導入し、分析セル内にて試料気体をイオン化し、トラップ電極電位によりイオンをトラップし、一対の照射電極に高周波電圧を印加することによりトラップされた前記イオンのイオンサイクロトロン共鳴を誘起し、このイオンサイクロトロン共鳴により他の一対の受信電極に誘起する高周波信号を取り出し、外部の電子回路に出力するように形成されている。

【0004】 ところで、このような真空室を有するフーリエ変換質量分析装置を用いて試料気体を分析する場合には、真空排気ポンプ等の排気手段で先ず真空室内を高度の真空度にしなければならない。このとき、真空室内を排気すると、先ず真空室内の大気成分が排気され、次

いで、真空室の内壁面あるいは分析セルの表面に吸着された気体成分が排気され、さらには真空室および分析セルを構成する部材中に吸収された気体成分たとえば水素原子が排気されていく。そして、排気手段による排気速度と真空室から排気される気体の排気速度とが釣り合ったところで、真空室の真空度が安定する。真空室の真空度が安定した段階で真空室内に試料気体が導入され、分析セルにより試料気体の分析が行われる。

【0005】 しかしながら、試料気体中にはたとえば水分等が含有されているので、試料気体の分析を継続していく内に真空室の真空度が徐々に初期の真空度からずれて行き、その結果、分析感度が低下するという問題がある。

【0006】 このような問題を解決するために、試料気体の導入を停止して、つまり分析を中断して真空室内を加熱する操作がしばしば行われていた。この操作をベーキングと称されている。が、真空室の外部に設けた加熱手段で真空室内を加熱することにより、真空室の内壁に付着する水分等を除去することはできても分析セルの加熱が不十分であるが故に分析セルに吸着し、あるいは吸収された気体を完全に除去することはできなかった。

【0007】 したがって、分析セルに吸着され、あるいは吸収された気体を完全に除去するには、真空室内から分析セルを取り出し、取り出した分析セルを別の真空容器内で特別に加熱するという操作を行わなければならぬ。

【0008】 このような特別の加熱操作を行えば、分析セルに吸着され、あるいは吸収された気体を完全に除去することができるのであろうが、真空室から分析セルを取り出すには試料分析を中断しなければならない。したがって、多数多種類の試料気体を次々に分析しなければならないという要請に応えることができなくなる。

【0009】 しかも、真空室から分析セルを取り出すのは非常に煩雑である。また、真空室から一旦分析セルを取り出してしまうと、次ぎの分析を行うのに、ベーキング後の分析セルを収容した真空室を再度所望の真空度にするための長時間に亘る排気操作を行わねばならなくなる。このように、真空室から分析セルを取り出してこれを特別に加熱処理するという手法は、迅速に多数多種類の試料気体を分析するという目的には到底適合しない。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】 この発明は上記事情に基づいて完成された。すなわち、この発明の目的は、測定感度の高いフーリエ変換質量分析装置を提供することにある。この発明の目的は試料気体を導入するにもかかわらず、真空室内の真空度の低下を生じることのないフーリエ変換質量分析装置を提供することにある。この発明の目的は、真空室から分析セルを取り出さずとも分析セルを完全に加熱することができて、測定感度の高いフーリエ変換質量分析装置を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決する請求項1に記載の発明は、分析セルを真空室内に配置してなるフーリエ変換質量分析装置において、分析セルを加熱する加熱手段を有してなることを特徴とするフーリエ変換質量分析装置であり、請求項2に記載の発明は、前記分析セルの外部に設けられた支持体と、この支持体に設けられたヒータとを有してなる前記請求項1に記載のフーリエ変換質量分析装置であり、請求項3に記載の発明は、前記分析セルが電極により形成された六面体であり、前記支持体が前記分析セルの互いに平行な4辺の少なくともいずれかの辺に沿って設けられた支持棒である前記請求項2に記載のフーリエ変換質量分析装置であり、請求項4に記載の発明は、前記分析セルが電極により形成された六面体であり、前記支持体が前記分析セルの互いに平行な二面の少なくともいずれかの面に沿って設けられた支持板である前記請求項2に記載のフーリエ変換質量分析装置であり、請求項5に記載の発明は、前記真空室において、真空室内部を加熱する第2加熱手段を備えてなるフーリエ変換質量分析装置である。

【0012】

【発明の実施の形態】請求項1に記載の発明は、真空室内に配置されている分析セルを加熱する加熱手段を有するフーリエ変換質量分析装置である。このフーリエ変換質量分析装置においては、試料気体の分析の前操作として、真空室を加熱する。その真空室の加熱に際して加熱手段を動作させて分析セルを加熱することにより、真空室および分析セル内の気体成分が迅速に除去され、真空室の真空度の安定化を迅速に実現することができる。安定した真空度を有する真空室内で試料気体の分析を行っている場合においても、所定時間毎に試料気体の導入を中断して、加熱手段により分析セルを加熱することにより、導入する試料気体の中に含まれる気体成分を分析セルから有効に除去することができる。したがって、試料気体導入に伴う不純物気体による測定感度の低下が防止される。また、測定感度の維持を図るために分析セルを加熱するにしても、従来におけるように、真空室から分析セルを取り外す必要がないので、多種多種類の試料気体を連続して分析する際に、分析操作の長期の中斷を伴うことなく短期間の内に分析を完了することができる。

【0013】請求項2に記載の発明は、分析セルの外部に設けられた支持体と、この支持体に設けられたヒータとを有するフーリエ変換質量分析装置である。ヒータに通電することにより分析セルを容易に加熱することができる。

【0014】請求項3に記載の発明は、電極により形成された六面体からなる分析セルと、分析セルの互いに平行な4辺の少なくともいずれかの辺に沿って設けられた支持棒からなる支持体とを有するフーリエ変換質量分析

装置である。前記辺部分から分析セルが加熱される。

【0015】請求項4に記載の発明は、電極により形成された六面体からなる分析セルと、前記分析セルの互いに平行な二面の少なくともいずれかの面に沿って設けられた支持板からなる支持体とを有するフーリエ変換質量分析装置である。これにより、面状の加熱源でもって分析セルを加熱することができる。

【0016】請求項5に記載の発明は、真空室内部を加熱する第2加熱手段を備えているフーリエ変換質量分析装置である。これにより、試料気体の分析の前操作として加熱手段と第二加熱手段とで真空室内および分析セルを加熱することにより、短期間のうちに、真空室内を所定の真空度にことができる。したがって、このフーリエ変換質量分析装置を起動してから短期間のうちに、試料気体の分析が行われるので、迅速な分析を達成することができる。また、試料気体の分析においても、定期的に、あるいは継続して加熱手段および第二加熱手段により真空室内および分析セルを加熱することにより、試料気体に導伴されて混入する水分等の不純物気体を真空室および分析セルから排除することができ、測定感度の維持ないし向上が達成される。

【0017】

【実施例】以下、この発明の一実施例を図面を参照しながら、説明する。

【0018】まず、フーリエ変換質量分析装置の概要について説明する。

【0019】図1は、この発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置を示す全体回路ブロック図である。

【0020】図1に示すように、フーリエ変換質量分析装置1は、分析セル2と、永久磁石3と磁場補償コイル3cと磁場補償コイル3cに補償電流を供給する直流電源12とからなる磁場発生手段(図5をも参照のこと)と、高周波送信手段4と、コンピュータ27の指令を受けてイオンサイクロトロン共鳴に関する高周波パルス系列の制御および試料気体のイオン化のための電子流制御を行なう制御回路6と、共鳴信号検出手段7と、演算制御手段8と、キーボード9およびCRTディスプレイ10とを有している。

【0021】前記分析セル2は、真空室11により保護され、かつ、恒温槽(図示せず。)内に収容されている。

【0022】前記分析セル2は、永久磁石3の磁場方向に直交する一对の電極と、磁場に平行し、かつ互いに直交する一对の照射電極と、一对の受信電極とからなるキュービック・セルを用いることができる。このようなキュービック・セルとしては、M.B.Comisarow;"Cubic Trapped Ion Cell for Ion Cyclotron Resonance" Int.J. Mass Spect. Ion Phys., 37, (1981)p.251~257等に記載の通常のセルを使用することができる。

【0023】このキュービックセルにおいては、図2に

示すように、前記磁場方向に直交するように配置された一対のトラップ電極P, P'は、分析セル2内のイオンの磁軸方向のドリフトを防止するため、わずかの正電位たとえば0.1~2Vの正電位が与えられるようになっている。照射電極T, T'は、磁場方向に沿うように相対向して前記一対のトラップ電極P, P'間に配置され、キュービック・セル内で発生したイオンにサイクロトロン共鳴を励起させる高周波信号が短時間たとえば0.1~10msの期間与えられるようになっている。受信電極R, R'は、磁場方向に沿うように相対向し、かつ前記のトラップ電極P, P'と照射電極T, T'とに直交するように配置され、共鳴により誘起する高周波信号電圧を受信するようになっている。なお、図2において、2aはグリッドであり、2bはフィラメントであり、しはリペラ電極である。

【0024】前記恒温槽は、周囲温度の変化に対し、前記磁場発生手段の温度変化をほぼ1°C以内に保つように動作することにより、磁場補償範囲を限定し、補償電流の変化を適切な範囲に保つ付加装置である。

【0025】前記永久磁石3は、分析セル2を挟んで相対向して配置された一対の磁極片3a, 3bを具備している。

【0026】前記高周波送信手段4は、高周波発信器4aと高周波送信器4bとを有する。高周波発信器4aは、図3に示すように補償用高周波源4cと測定用高周波源4dと周波数合成器4eとを備えている。

【0027】補償用高周波源4cは基準成分のイオンのサイクロトロン共鳴周波数を供給する。高周波発信器4aの周波数は、分析対象成分の共鳴周波数に等しく選ばれる。高周波送信機4bは周波数合成器4eの出力を受け、かつ制御回路6を経由するコンピュータ27の指令により、その出力をパルス変調し、分析セル2の送信電極T, T'を励振するに充分な電力の2相高周波パルスを供給する。

【0028】制御回路6は、フーリエ変換手法に定められたイオン化、高周波照射、測定、残留イオンの消去等の諸動作が定められた順序に従って作動するように、コンピュータ管理の下に高周波発信器4a、高周波送信器4bに制御信号を出力する。動作順序の一例を分析セル2の各電極の制御電圧およびその時間変化と共に図4に示す。

【0029】図4は分析周期における分析セル2における各電極の印加電圧、誘起信号の典型的な関係の一例を示している。

【0030】(a) まず、フィラメント電位が-20~-70(V)にスイッチングされ、分析セル内に照射された電子ビームにより、試料ガス分子は、イオン化される。

【0031】(b) 電子ビーム照射後、あらかじめ定められた時間を経て、高周波送信器4bの出力ゲートが開

き、

(c) 高周波発信器から高周波パルスである照射周波数が分析セル2の送信電極に印加される。

【0032】(d) 照射周波数によって励起されたイオンは、イオンサイクロトロン共鳴を誘起する。イオンが励起された後、出力ゲートは閉じられる。

【0033】(e) こうして、受信電極R, R'にはイオンサイクロトロン共鳴の信号が誘起される。

【0034】(f) 共鳴信号測定の後、次の測定周期の直前に磁軸に直交するよう置かれたトラップ電極対P, P'には、それぞれ正負の電位が与えられ、分析セル内に残留するイオンは消去される。

【0035】制御回路6は、コンピュータ27からの指令を受けて、高周波パルス印加に先行し、分析セル2内に導入された試料分子に電子ビームを照射し、イオン化する機能、高周波パルス印加時および共鳴信号測定期間中、電子ビーム照射を遮断する機能、および測定終了時に残余のイオンを消去する機能等を実行する分析セル2内の各電極電圧、フィラメントのボテンシャルを制御する回路である。

【0036】前記検出手段7は、前置増幅器20と、高周波増幅器21と、低域濾波器22と、高速処理を行うA/D変換器23とを具備している。

【0037】前記前置増幅器20は、図3に示すように補償信号増幅器24と、測定信号増幅器25と、周波数合成器26とを具備し、分析セル2における受信電極R, R'で誘導されるイオンサイクロトロン共鳴周波数を個々に狭帯域増幅した後、合成して、高周波増幅器21に出力するようになっている。

【0038】前記高周波増幅器21は、周波数混合器を含んでいる(図示せず)。すなわち狭帯域増幅されたイオンサイクロトロン共鳴周波数と演算制御手段8から別途に入力する参照周波数f₀の参照信号との混合処理を行い、共鳴高周波信号を信号周波数と参照周波数f₀との差周波数の低周波信号に変換し、その低周波信号を低域濾波器22に送出するようになっている。

【0039】この周波数変換は、通信機器におけるいわゆるヘテロダイン検波と同じ手法で、信号波の増幅情報を保持し、周波数のみ参照周波数との差周波数に変換する。前記参照周波数f₀はイオンサイクロトロン共鳴周波数よりも高く設定するのが好ましい。

【0040】低域濾波器22は、A/D変換器23におけるAD変換時の折返し信号を除くもので、その遮断周波数は、予めA/D変換器23のクロック周波数の1/2以内に設定される。

【0041】A/D変換器23は、不要周波数帯域が除去されると共にA/D変換可能な程度の信号レベルにまで増幅された共鳴信号を、デジタル信号に変換し、演算制御手段8に出力するようになっている。

【0042】前記演算制御手段8は、全体の制御を行う

コンピュータ27と、記憶装置28と、出力装置29と、前記A/D変換器23を制御するとともにこのA/D変換器23の出力を高速で取り込み、かつ前記制御回路6および直流電源12に対し、コンピュータ27からの制御信号を伝送するインターフェイス30とを具備している。

【0043】こうして、不用周波数帯を除去し、A/D変換器23に適する信号レベルにまで増幅された共鳴信号は、A/D変換器23により、デジタル信号に変換され、インターフェイス30を経て、コンピュータ27に転送され、時間領域データとして記憶装置28に格納される。測定後、時間領域データは、コンピュータ27による高速フーリエ変換処理を受けて、周波数領域のデータ、すなわち通常の質量スペクトルに変換される。

【0044】当然のことながら、これらの測定制御動作は、すべてインターフェース30を経由するコンピュータ27からの制御信号により、自動的に実行される。

【0045】次に、この発明のフーリエ変換質量分析装置の一実施例における真空室、分析セルおよび加熱手段について説明する。

【0046】図6はこの発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置を示す正面図であり、図7はこの発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置を示す一部切欠側面図であり、図8はこの発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置中にある分析セルおよび加熱手段を示す一部切欠斜視図である。

【0047】図6に示すように、フーリエ変換質量分析装置は、真空室と分析セルと、加熱手段とを有する。

【0048】図6および図7に示されるように、前記真空室11は、その中心軸を縦にして配置された筒状体であり、その上端部に真空排気ポンプ32が装着されている。

【0049】この真空室11は、前記真空排気ポンプ32により常時排気されていて 10^{-7} Pa 以上の高真空が維持されている。

【0050】前記分析セル2は、前記真空室11内に配置される。特にこの実施例においては、真空室11である前記筒状体の下端部近傍に分析セル2が配置されている。

【0051】この分析セル2は、試料気体導入口および試料気体排出口を有する箱体(図示せず)と、この箱体内に配置されたところの、前述したキュービックセルすなわち、受信電極R, R' とトラップ電極P, P' と照射電極T, T' とからなる三対の電極と、フィラメント、グリッドおよびコレクタからなるイオン化機構とを有する。前記三対の電極のいずれか、あるいは全ては網目状に形成されていて、前記箱体内に導入された試料気体がキュービックセル内に侵入することができるようになっている。前記試料気体導入口は、前記真空室11の下端面に向かって開口し、供給管44に接続される。

前記試料気体排出口は、前記試料気体導入口と相対向する箱体内的壁面に開口する。

【0052】前記キュービックセルに結合された信号線34は、分析セル2から引き出されて外部貫通端子35に電気的に結合されている。

【0053】前記加熱手段36は、図8に示されるように、支持体Uとヒータである電熱線Sとを有する。この支持体Uは、分析セル2における照射電極T, T' の外側に、かつこれに近接し、しかも平行に配置された板状体である。この支持体Uの外周面には前記電熱線Sが巻回され、この電熱線Sに通電されるようになっている。

【0054】また、真空室11を加熱するために、真空室11の外部に第2加熱手段(図示せず)、例えばリボンヒーターなどが設けられている。

【0055】次に以上構成の作用について説明する。

【0056】先ず、このフーリエ変換質量分析装置で試料気体を分析する前操作として、真空室11内を真空排気ポンプ32で所望の真空度になるように排気する。この排気操作においては、前述したように、真空室内の大気圧成分が排出され、次いで、真空室11の内壁および分析セル2の表面に付着する水分等が排気される。さらに排気操作を継続することにより真空室11および分析セル2を構成する材質中に吸収されている気体成分たとえば水素原子等が排出される。なお、この排気操作においては、第2加熱手段を可動させることにより真空室11を高温度たとえば $150\sim300$ °C に加熱しておくのが良い。このような高温度に加熱することにより迅速に吸着水分および吸収気体を真空室11から排出することができる。なお、真空室11における温度は高ければ高い程迅速に吸着水分および吸収気体を排出することができるのであるが、余り温度を高くすると周辺機器が熱による損傷を受ける可能性が大きくなるので、上記温度範囲に加熱するのが妥当である。

【0057】真空排気ポンプ32の排気速度と排出気体の排出速度とが釣り合ったところで、真空室11内の真空度が安定する。

【0058】試料気体が供給管44から試料気体導入口を経由して真空室11に導入され、分析セル2内に導入される。導入された試料気体はフィラメント2bとコレクタQに向かう電子ビームによりイオン化される。イオン化された試料気体は、トラップ電極の電圧を印加することにより、トラップされた状態となり、イオン化された試料気体のもつ電荷と分析セル2に印加された静磁場との相互作用により磁場に対して垂直な面で回転運動を行う。

【0059】また前述の回転運動は、分析セル2内の照射電極Tからの高周波電圧を印加することによりイオンサイクロトロン共鳴を起こして位相が揃い、回転の半径が大きくなる。

【0060】なお、前記電子ビームはたとえば次のよう

にして形成される。すなわち、たとえば分析セル2内のフィラメント2bがタンクステンで形成されているときには、このフィラメント2bは常時通電されているので、フィラメント2bより熱電子が放射される。この熱電子は背面方向にあるリベラ電極で反射され、高電圧が印加されたグリッド2aで加速され、さらに高電圧が印加されたコレクタQへ流れ込み、その結果として、電子流である電子ビームが形成される。

【0061】このイオンサイクロトロン共鳴によって、分析セル2内の受信電極Rから出力信号が真空室11外の共鳴信号検出手段7に出力される。

【0062】この実施例においては、上述のようにして分析セル2を利用した試料気体の分析を所定時間継続した後に、真空室11内への試料気体の導入を停止する。そして、分析セル2の加熱操作を行う。

【0063】真空室11内を真空排気ポンプ32で高真空中に維持しつつ、電熱線Sに通電し、電熱線Sより分析セル2を加熱する。このとき、分析セル2を加熱する温度は、通常150～300°Cである。

【0064】所定時間かけて電熱線Sにより分析セル2を前記温度範囲内の所望温度に加熱する。その結果、分析セル2の表面に吸着された水分および分析セル2を構成する材質中に吸蔵されている気体成分が真空排気ポンプ32により分析セル2および真空室11から排出される。なお、分析セル2を加熱する操作を継続している最中においても、第2加熱手段を駆動することにより真空室11を加熱し続けることが好ましい。この第2加熱手段による加熱と前記電熱線Sによる加熱とが相俟って、真空室11内および分析セル2内の気体成分を充分に除去することができるからである。

【0065】この加熱処理を終了した後に、再度真空室11内に試料気体を前記したようにして導入し、試料気体の分析を再開する。

【0066】以上に説明したように、この発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置によると、分析セル2を加熱する加熱手段36を有し、この加熱手段36により分析セル2を直接に加熱しているので、試料気体を分析することにより導入された不純物としての気体成分が分析セル2の表面に吸着し、あるいは分析セル2を構成する材質中に吸蔵されることにより招来する測定精度の低下を防止することができる。しかも、このフーリエ変換質量分析装置によると、分析セル2を真空室11から取り出すことなく分析セル2に吸着ないし吸蔵される気体成分を簡易に除去することができる。また、真空室11自体に第2加熱手段を設けているので、分析セル2の加熱手段36と第2加熱手段とを同時に動作させて真空室11および分析セル2を加熱しつつ真空室11内を排気することにより、このフーリエ変換質量分析装置の起動時間を短縮することができる。たとえば従来の装置では4～5時間かけてやっとフーリエ変換質量分析装置

を分析可能に立ち上げることができたが、この発明の一実施例である前記フーリエ変換質量分析装置においては30分間以内で分析可能に立ち上げることができる。

【0067】以上、この発明の一実施例について説明したが、この発明は前記実施例に限定されるものではない。

【0068】図9は、この発明の他の実施例である分析セルおよび加熱手段を示す一部切欠斜視図である。図9に示されるように、分析セル2は3対の電極で正六面体に形成される。この分析セル2の構造については前記実施例で説明したとおりである。加熱手段36は、前記分析セル2を形成する電極による六面体の内、照射電極T, T' とトラップ電極P, P' とで形成される四つの辺に平行に立設された4本の支持柱Vとこの支持柱Vの外周面にそれぞれ巻回された電熱線Sとで形成される。このような加熱手段36を用いることにより前記実施例におけるのと同様の作用効果が奏されることの外、4カ所の加熱源であることにより分析セル2を均一に加熱することができるようになる。

【0069】図10はこの発明の他の実施例である分析セルおよび加熱手段を示す斜視図である。図10に示されるように、分析セル2は3対の電極で正六面体に形成される。この分析セル2の構造については前記実施例で説明したとおりである。加熱手段36は、前記分析セル2を形成する電極による六面体の内、照射電極T, T' の外側に照射電極T, T' に平行に、かつ磁場に対して直交する方向に延在する支持柱Vと、受信電極R, R' の外側に受信電極R, R' に平行に、かつ磁場に対して直交する方向に延在する支持柱Vとで、井桁状に組まれた支持枠体と、この支持枠体を構成する各支持柱Vの外周に巻回された電熱線Sとで形成される。このような加熱手段36を用いることにより、前記実施例におけるのと同様の作用効果が奏されることの外、分析セル2を均一に加熱することができるようになる。

【0070】図11はこの発明の他の実施例である分析セルおよび加熱手段を示す斜視図である。図11に示されるように、分析セル2は3対の電極で正六面体に形成される。この分析セル2の構造については前記実施例で説明したとおりである。加熱手段36は、前記分析セル2を形成する電極による六面体の内、照射電極T, T' の外側に照射電極T, T' に平行、かつ磁場に対して直交する方向に延在する支持板Wと、受信電極R, R' の外側に受信電極R, R' に平行、かつ磁場に対して直交する方向に延在する支持板Wと、この支持板Wの外周に巻回された電熱線Sとで形成される。このような加熱手段36を用いることにより、前記実施例におけるのと同様の作用効果が奏されることの外、分析セル2を均一に加熱することができるようになる。

【0071】図12はこの発明の他の実施例である分析セルおよび加熱手段を示す斜視図である。図12に示さ

れるように、分析セル2は3対の電極で正六面体に形成される。この分析セル2の構造については前記実施例で説明したとおりである。加熱手段36は、前記分析セル2を形成する電極による六面体の内、照射電極T, T'の外側に照射電極T, T'に平行に、かつ磁場に対して直交する方向に延在する支持板Wと、受信電極R, R'の外側に受信電極R, R'に平行に、かつ磁場に対して直交する方向に延在する支持板Wとで、口型状に組まれた支持枠体と、この支持枠体を構成する各支持板Wの外周に巻回された電熱線Sとで形成される。このような加熱手段36を用いることにより、前記実施例におけるのと同様の作用効果が奏されることの外、分析セルを均一かつ短時間で加熱することができるようになる。

【0072】図13はこの発明の他の実施例である分析セルおよび加熱手段を示す斜視図である。図13に示されるように、分析セル2は3対の電極で正六面体に形成される。この分析セル2の構造については前記実施例で説明したとおりである。加熱手段36は、前記分析セル2を形成する電極による六面体の内、照射電極T, T'の外側に照射電極T, T'に平行に、かつ磁場に対して直交する方向に延在する支持板と、受信電極R, R'の外側に受信電極R, R'に平行に、かつ磁場に対して直交する方向に延在する支持板Wとで、L型状に組まれた支持枠体と、この支持枠体を構成する各支持板Wの外周に巻回された電熱線Sとで形成される。このような加熱手段36を用いることにより、前記実施例におけるのと同様の作用効果が奏されることの外、分析セル2を均一かつ短時間で加熱することができるようになる。

【0073】

【発明の効果】以上に詳述した本発明により、測定感度の高いフーリエ変換質量分析装置を提供することができる。この発明の目的は試料気体を導入するにもかかわらず、真空室内の真空度の低下を生じることのないフーリエ変換質量分析装置を提供することができる。この発明の目的は、真空室から分析セルを取り出さずとも分析セルを完全に加熱することができて、測定感度の高いフーリエ変換質量分析装置を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、この発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置を示す概略ブロック図である。

【図2】図2は、この発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置における分析セルを示す説明図である。

【図3】図3は、この発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置における高周波手段および検出手段を示す概略ブロック図である。

【図4】図4は、分析セルの各電極電位の変化を示すタイミングチャートである。

【図5】図5は、この発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置に磁場を印加する磁場発生手段を示す概略ブロック図である。

【図6】図6は、この発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置を示す正面図である。

【図7】図7は、この発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置を示す一部切欠断面図である。

【図8】図8は、この発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置中にある分析セルおよび加熱手段を示す一部切欠斜視図である。

【図9】図9は、この発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置中にある分析セルおよび加熱手段を示す一部切欠斜視図である。

【図10】図10は、この発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置における分析セルおよび加熱手段を示す斜視図である。

【図11】図11は、この発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置における分析セルおよび加熱手段を示す斜視図である。

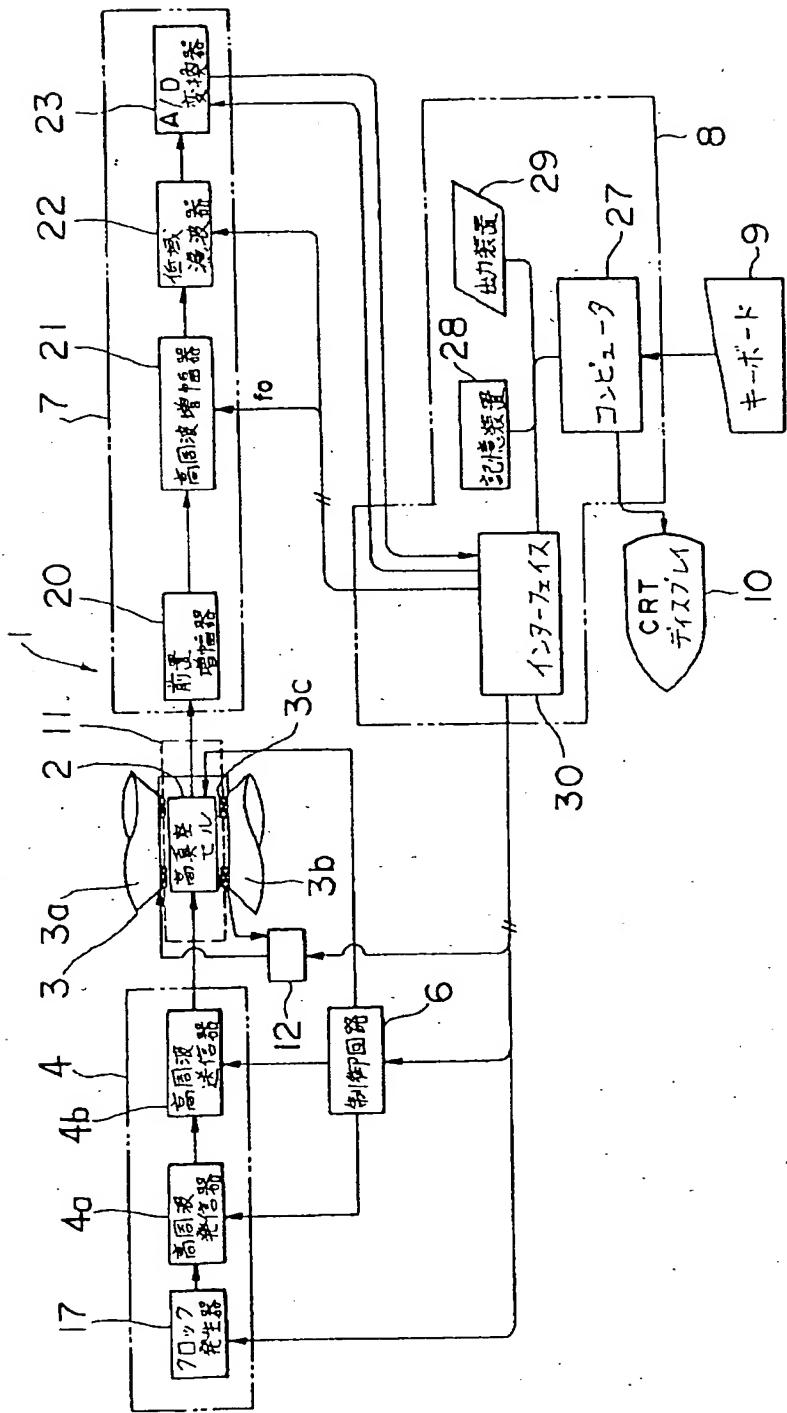
【図12】図12は、この発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置における分析セルおよび加熱手段を示す斜視図である。

【図13】図13は、この発明の一実施例であるフーリエ変換質量分析装置における分析セルおよび加熱手段を示す斜視図である。

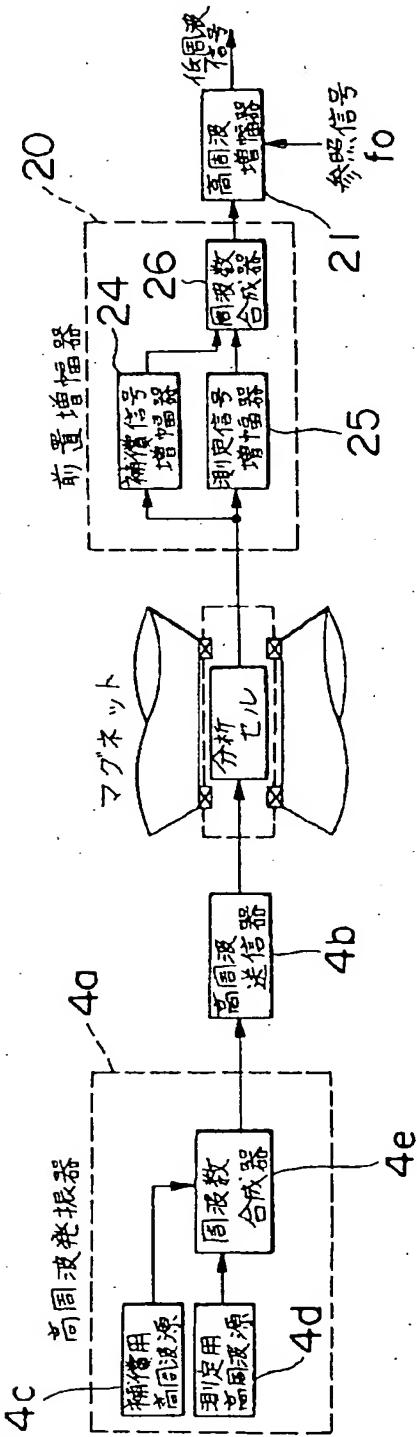
【符号の説明】

1 . . . フーリエ変換質量分析装置、2 . . . 分析セル、2a . . . グリッド、2b . . . フィラメント、3 . . . 永久磁石、3a, 3b . . . 磁極片、3c . . . 磁場補償コイル、4a . . . 高周波発信器、4b . . . 高周波送信器、4c . . . 補償用高周波源、4d . . . 測定用高周波源、4e . . . 周波数合成器、6 . . . 制御回路、7 . . . 共鳴信号検出手段、8 . . . 演算制御手段、9 . . . キーボード、10 . . . CRTディスプレイ、11 . . . 真空室、12 . . . 直流電源、20 . . . 前置増幅器、21 . . . 高周波増幅器、22 . . . 低域濾波器、23 . . . A/D変換器、24 . . . 補償信号増幅器、25 . . . 測定信号増幅器、26 . . . 周波数合成器、27 . . . コンピュータ、28 . . . 記憶装置、29 . . . 出力装置、30 . . . インターフェイス

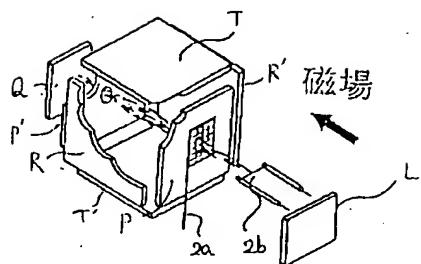
【図1】



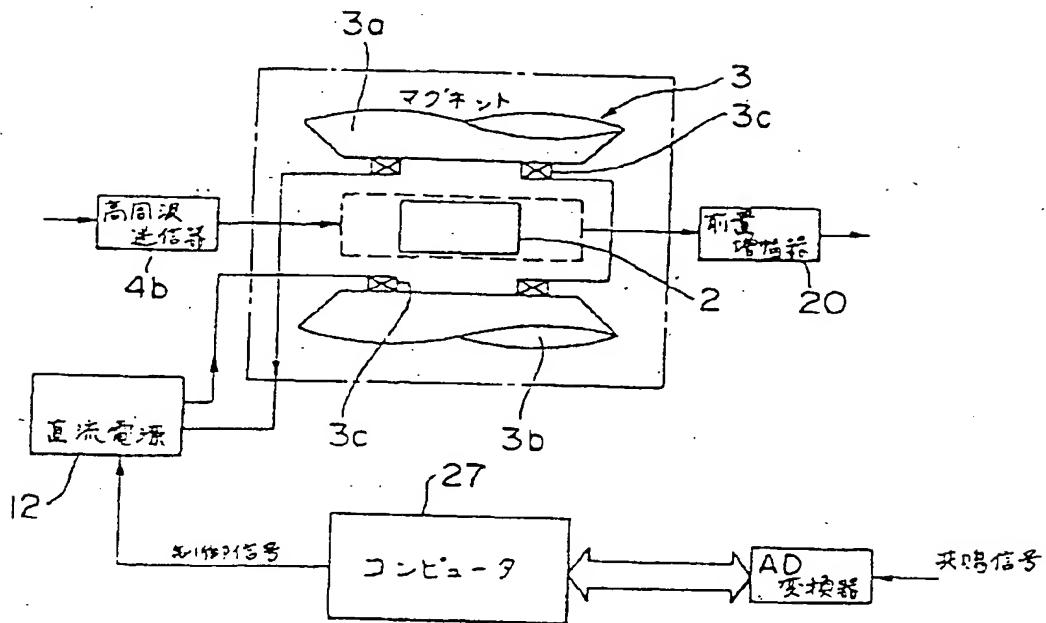
【図3】



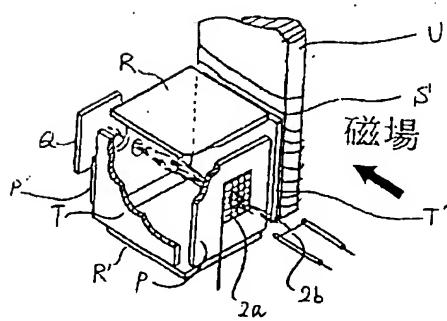
【図2】



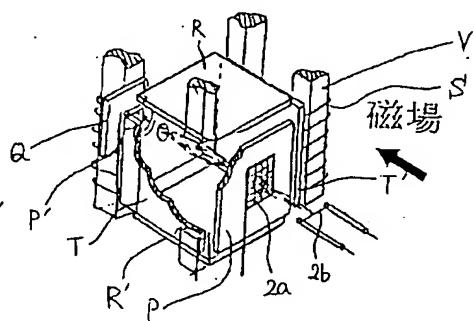
【図5】



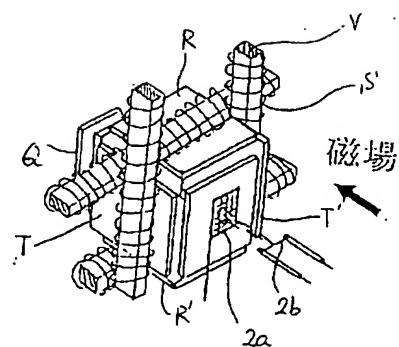
【図8】



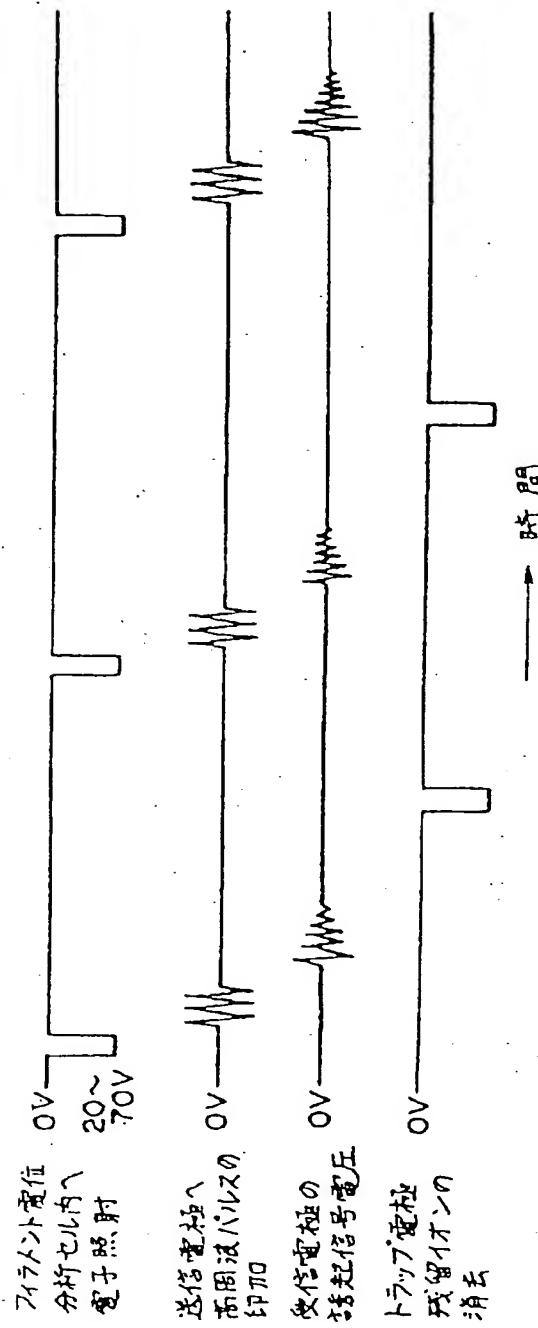
【図9】



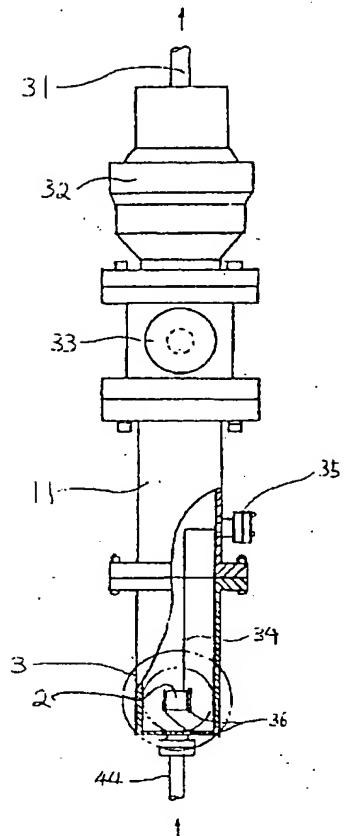
【図10】



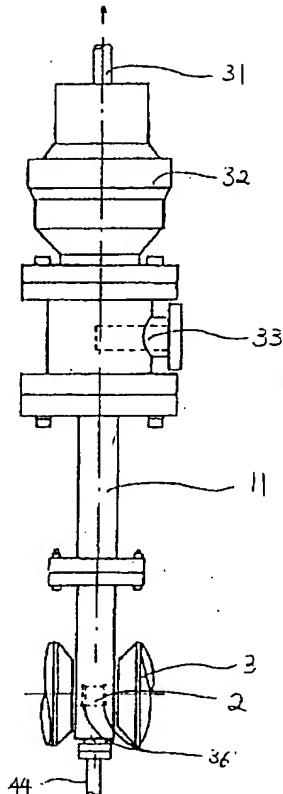
【図4】



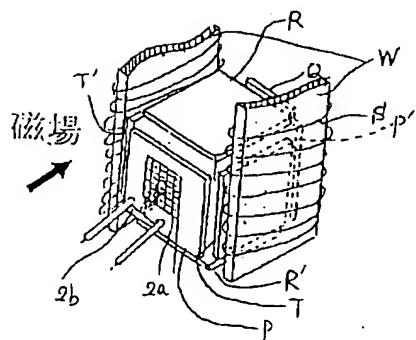
【図6】



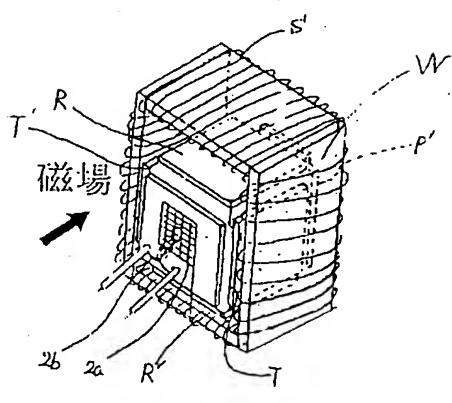
【図7】



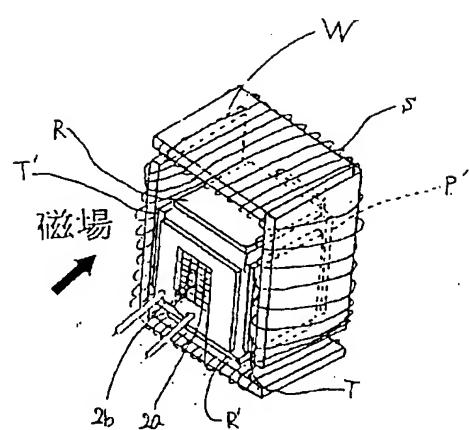
【図11】



【図12】



【図13】



【手続補正書】

【提出日】平成7年10月3日

【手続補正1】

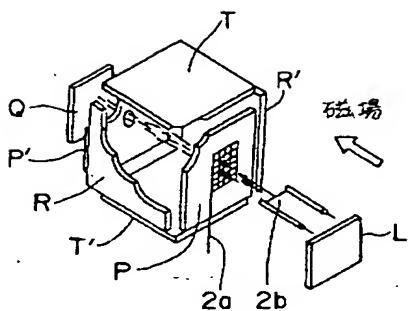
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図2

【補正方法】変更

【補正内容】

【図2】



【手続補正2】

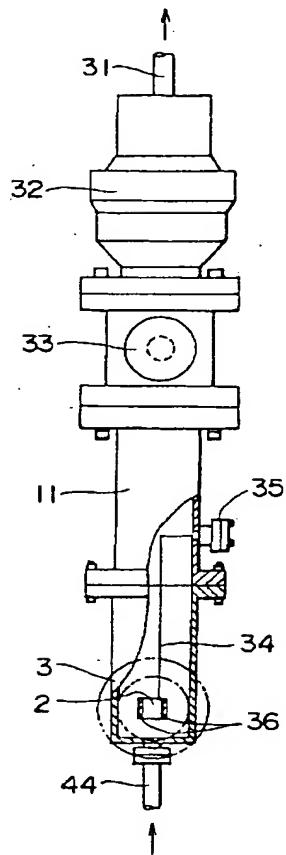
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図6

【補正方法】変更

【補正内容】

【図6】



【手続補正3】

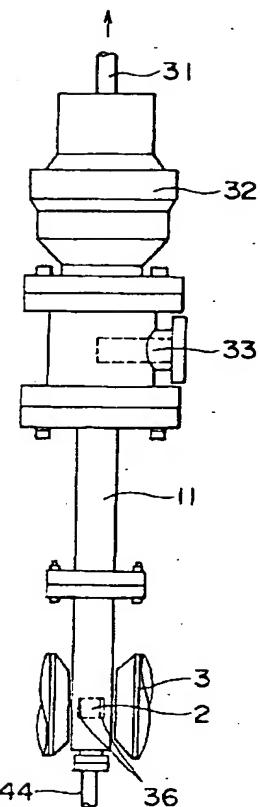
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図7

【補正方法】変更

【補正内容】

【図7】



【手続補正4】

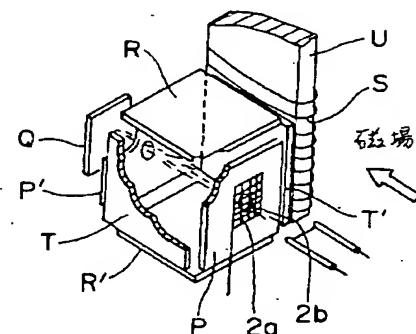
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図8

【補正方法】変更

【補正内容】

【図8】



【手続補正5】

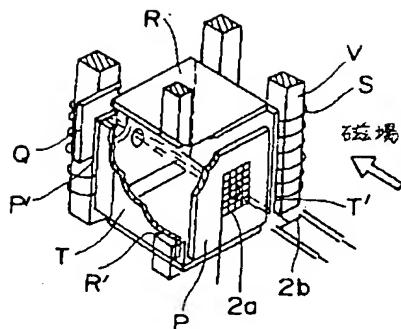
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図9

【補正方法】変更

【補正内容】

【図9】



【手続補正6】

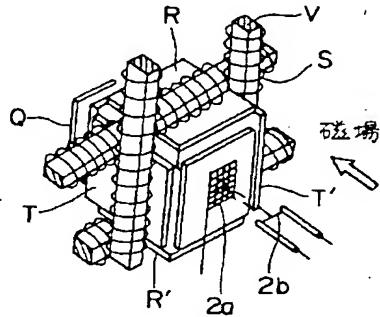
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図10

【補正方法】変更

【補正内容】

【図10】



【手続補正7】

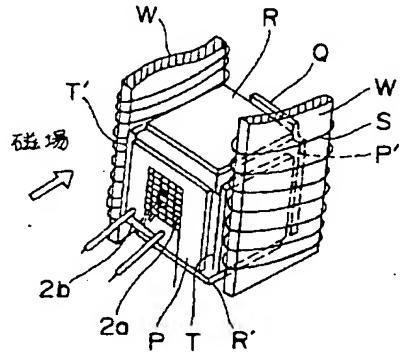
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図11

【補正方法】変更

【補正内容】

【図11】



【手続補正8】

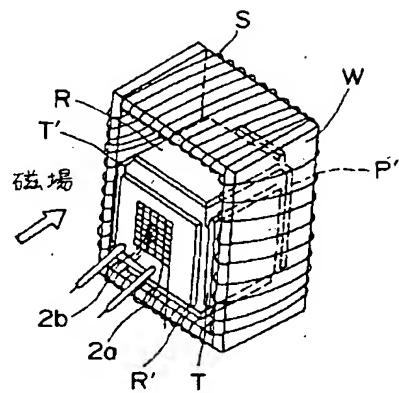
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図12

【補正方法】変更

【補正内容】

【図12】



【手続補正9】

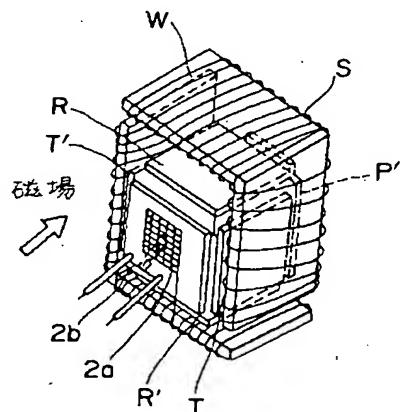
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図13

【補正方法】変更

【補正内容】

【図13】



THIS PAGE BLANK (USPTO)